POLYURETHANE SEALING MATERIAL

Publication number: JP2001031947

Publication date: 2

2001-02-06

Inventor:

KAWASHIMA KOICHIRO; SATO SHINICHI

Applicant:

KONISHI CO LTD

Classification:

C09K3/10; C08G18/10; C08G18/38; C09K3/10;

C08G18/00; (IPC1-7): C09K3/10; C08G18/10;

C08G18/38

- European:

Application number: JP19990208165 19990722 Priority number(s): JP19990208165 19990722

Report a data error here

Abstract of JP2001031947

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a one-solution-moisture-curing type of a polyurethane sealing material having excellent workability, a good internal curing property and a material property. SOLUTION: A polyurethane sealing material contains a synthetic material wherein a silicon compound (A) having a secondary amino group or a hydroxy group of less than two is synthesized by reacting an alkoxysilane having a primary amino group, a secondary amino group, a methacryloyl group, an epoxy group or a mercapto group and having two alkoxy groups with methacrylate or the like, and an urethane prepolymer (B) is synthesized by reacting a polyol with a polyisocyanate compound, obtaining by further reacting A with B in a ratio of less than 0.5 equivalent to an NCO group of B.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出顧公開番号 特開2001-31947。 (P2001-31947A)

(43)公開日 平成13年2月6日(2001.2.6)

(51) Int.Cl. ⁷		識別記号	FI		テーマコード(参考)
C09K	3/10		C09K 3/1	10	D 4H017
					L 4J034
C08G 1	18/10		C 0 8 G 18/1	10	
1	18/38		18/3	38	Z
			審査請求 未	ド請求 請求項の数6	OL (全 14 頁)
(21)出願番号		特顯平11-208165	(71)出顧人 00	00105648	
			3	コニシ株式会社 🌞	
(22)出願日	-	平成11年7月22日(1999.7.22)	*	、阪府大阪市中央区道	修町1丁目6番10号
			(72)発明者 川	島 康一郎	
			坩	5玉県浦和市西堀5-	3-35 コニシ株式
			会	社浦和研究所内	
			(72)発明者 佐	選 慎一	
			增	于玉県浦和市西堀5一	3-35 コニシ株式
			会	社浦和研究所内	
			(74)代理人 10	00083806	
			身	理士 三好 秀和	(外8名)
					最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ポリウレタン系シーリング材

(57)【要約】

【課題】 優れた作業性を持ち、良好な内部硬化性と物性を持つ一液湿気硬化型ポリウレタン系シーリング材を提供する。

【解決手段】 一級アミノ基、二級アミノ基、(メタ)アクリロイル基、エポキシ基又はメルカプト基を有し、2個のアルコキシ基を持つアルコキシランと、(メタ)アクリレート等とを反応させて、2個未満の二級アミノ基又はヒドロキシ基を有する珪素化合物(A)を合成し、ボリオールとポリイソシアネート化合物を反応してウレタンプレポリマー(B)を合成し、更にBのNCO基に対しAが0.5当量未満となる割合でAとBを反応させて得た合成物を含有する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (1)その基中に一級アミノ基、二級ア ミノ基、(メタ)アクリロイル基、エポキシ基又はメル カプト基を有する有機基(I) を有し、2個のアルコキシ 基が直接珪素原子に結合した化合物(化合物(a)) と、有機基(I)と反応して二級アミノ基又はヒドロキシ 基を有する化合物を生成し得る有機化合物(化合物

1

(b)) とを反応させて、その1分子内に2個未満の二 級アミノ基又はヒドロキシ基を有し、2個のアルコキシ 基が直接珪素原子に結合した化合物(合成物A)を合成 10 する工程、

(2) ポリオール化合物(化合物(c)) とポリイソシ アネート化合物(化合物(d))とを反応させて、その 末端にイソシアネート基を含有するウレタンプレポリマ - (合成物B)を合成する工程並びに

(3) 上記合成物Bのフリーのイソシアネート基に対し て上記合成物Aが0.5当量未満となる割合で、上記合 成物Aと上記合成物Bを反応させる工程により製造され た化合物を含有することを特徴とするポリウレタン系シ ーリング材。

【請求項2】 上記化合物 (a) は上記有機基(I) が1 個の一級アミノ基を有する基である化合物(化合物(a -1)) であり、上記化合物(b)は(メタ) アクリレ ート(化合物(e)である請求項1記載のポリウレタン 系シーリング材。

【請求項3】 上記化合物(a)は上記有機基(I)が2 個以上の一級若しくは二級アミノ基及び/又は1個以上 の一級及び二級アミノ基を有する基である化合物(化合 物(a-2))であり、上記化合物(b)は上記化合物 (e) である請求項1記載のポリウレタン系シーリング 30 材。

【請求項4】 上記化合物 (a) は上記有機基(I) が (メタ) アクリロイル基を有する基である化合物(化合 物 (a-3)) であり、上記化合物 (b) はモノ一級ア ミン化合物(化合物(f))である請求項1記載のポリ ウレタン系シーリング材。

【請求項5】 上記珪素化合物(a)は上記有機基(I) がエポキシ基を有する基である化合物(化合物(a-4))であり、上記化合物(b)はモノ二級アミン化合 請求項1記載のポリウレタン系シーリング材。

【請求項6】 上記化合物(a)は上記有機基(I)がメ ルカプト基を有する基である化合物(化合物(a-5))であり、上記化合物(b)は1個以上のエポキシ 基を有する化合物(化合物(h))である請求項1記載 のポリウレタン系シーリング材。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、ポリウレタン系シ ーリング材に関し、より詳細には、優れた作業性を有

し、良好な内部硬化性と物性を持つ一液湿気硬化型ポリ ウレタン系シーリング材に関する。

[0002]

【従来の技術】従来、ウレタンプレポリマー中のイソシ アネート基の一部を種々の有機官能基含有珪素化合物で 末端封鎖して、得られるポリウレタンの性質を改良する ことが行われている。しかし、一級アミノ基含有アミノ シランで末端封鎖すると、得られるポリウレタンは粘度 が著しく増大したり、ゲル化して作業性が低下する。そ の理由は、一級アミノ基にイソシアネート基との反応点 が2個存在することに起因して、上記現象を引き起こす ことによる。

【0003】この欠点を解消する方法として、一級アミ ノ基を含有するアルコキシシランとアクリレートを反応 させ、二級アミノシランにすることにより、ウレタンプ レポリマーの一部末端を封鎖する試みが、米国特許第 4,067,844号明細書に記載されている。しか し、この試みにおいては、実際使用されているアルコキ シシランは3官能のものに限られており、得られるポリ 20 ウレタンの硬化物は堅くなり過ぎ、シーリング材には適 さない。

【0004】一方、本発明者らは、アルコキシシリル基 近傍に極性の高いアミノ基構造、ユリア構造、ウレタン 構造を有する新しいアルコキシシリル基を有するポリマ -を提案している(特願平9-160779号)。 この ポリマーは、ゲル化も無く、粘度も殆ど増大しなくて貯 蔵安定性は良好であるが、シーリング材としての物性は 十分とは言えない。

[0005]

【発明が解決しようとする課題】本発明は、従来技術の 問題を解決するためになされたものであり、優れた作業 性を持ち、良好な内部硬化性と物性を持つ一液湿気硬化 型ポリウレタン系シーリング材用樹脂を提供することを 目的とする。

[0006]

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するため に、本発明者らは鋭意研究を重ねた結果、上記本発明者 らの提案において、2官能のアルコキシシランを含有す る各種変性シランカップリング剤によりイソシアネート 物又はモノメルカブタン化合物(化合物(g))である 40 系樹脂の末端の一部を変性したイソシアネート基含有量 が比較的低いウレタンプレポリマーを用いることによ り、本発明の目的を達成し得ることを見出だして本発明 に到達した。

> 【0007】すなわち、本発明は、(1)その基中に一 級アミノ基、二級アミノ基、(メタ)アクリロイル基、 エポキシ基又はメルカプト基を有する有機基(I) を有 し、2個のアルコキシ基が直接珪素原子に結合した化合 物(化合物(a))と、有機基(I) と反応して二級アミ ノ基又はヒドロキシ基を有する化合物を生成し得る有機 50 化合物(化合物(b))とを反応させて、その1分子内

に2個未満の二級アミノ基又はヒドロキシ基を有し、2 個のアルコキシ基が直接珪素原子に結合した化合物(合 成物A)を合成する工程、(2)ポリオール化合物(化 合物(c))とポリイソシアネート化合物(化合物 (d)) とを反応させて、その末端にイソシアネート基 を含有するウレタンプレポリマー(合成物B)を合成す る工程並びに(3)上記合成物Bのフリーのイソシアネ ート基に対して上記合成物Aが0.5当量未満となる割 合で、上記合成物Aと上記合成物Bを反応させる工程に より製造された化合物(合成物X)を含有することを特 10

徴とするポリウレタン系シーリング材を要旨とする。 【0008】又、本発明のシーリング材は、上記化合物 (a) は上記有機基(I) が1個の一級アミノ基を有する 基である化合物(化合物(a-1))であり、上記化合 物(b)は(メタ)アクリレート(化合物(e)である ことを特徴とする。又、本発明のシーリング材(1) は、上記化合物(a)は上記有機基(I)が2個以上の一 級若しくは二級アミノ基及び/又は1個以上の一級及び 二級アミノ基を有する基である化合物(化合物(a-2))であり、上記化合物(b)は上記化合物(g)で 20 あることを特徴とする。又、本発明のシーリング材は、 上記化合物(a)は上記有機基(I)が(メタ)アクリロ イル基を有する基である化合物(化合物(a-3))で あり、上記化合物(b)はモノ一級アミン化合物(化合 物(f))であることを特徴とする。又、本発明のシー リング材は、上記珪素化合物(a)は上記有機基(I)が エポキシ基を有する基である化合物(化合物(a-4))であり、上記化合物(b)はモノ二級アミン化合 物又はモノメルカプタン化合物(化合物(g))である ことを特徴とする。又、本発明のシーリング材は、上記 化合物(a)は上記有機基(I)がメルカフト基を有する 基である化合物(化合物(a-5))であり、上記化合 物(b)は1個以上のエポキシ基を有する化合物(化合 物(h)) であることを特徴とする。

[0009]

【発明の実施の形態】本発明のシーリング材の主成分で ある上記合成物Xは、次の3工程を経て製造される。ま ず第1工程では、上記化合物(a)及び上記化合物 (b)を、-20℃~150℃程度の温度で1~100 0時間反応させて、その1分子中に2個未満、好ましく は0.1~1.5個の二級アミノ基(-NH-) 若しく はヒドロキシ基(-OH)を有し、2個のアルコキシ基 が直接珪素原子に結合した化合物(合成物A)を合成す る。反応は、有機溶媒等の媒体の存在下行っても良く、 1000時間を超えて行っても何ら問題はない。化合物 (a)及び化合物(b)は、1種に限らず2種以上使用 しても良い。化合物(a)及び化合物(b)の使用割合 は、化合物(a)1モルに対して、通常化合物(b) は、化合物(a)中の有機基(I)の数をαとした場合、 $\alpha \times (0.2 \sim 9) + \lambda (\alpha \leq 1), (\alpha - 1) \times$

(0.2~9) モル (a>1) 程度であるが、後記第3 工程での合成物Aと合成物Bの反応条件、発生する臭気 等に応じて適宜調整される。また化合物(b)を過剰に 使用して最終硬化物中に残留して、可塑剤として作用さ せても良いが、ブリードするほど多く用いることは好ま しくない。

【0010】次に第2工程では、上記化合物(c)と上 記化合物(d)を反応させて、その末端にイソシアネー ト基を含有するウレタンプレポリマー(合成物B)を合 成する。化合物(c)と化合物(d)との反応は、ウレ タンプレポリマーを合成する際に通常行われている方法 に従えば良い。上記化合物(c)と上記化合物(d)の 反応は、2種以上の化合物(c)と1種の化合物 (d)、又は1種の化合物(c)と2種以上の化合物 (d)を反応させるのが好ましい。

【0011】更に第3工程では、上記合成物Bのフリー のイソシアネート基に対して上記合成物Aが0.5当量 未満、好ましくは0.05~0.5当量未満の範囲とな る割合で、上記合成物Aと上記合成物Bを反応させて合 成物Xを製造する。合成物Aと合成物Bとの反応は、触 媒作用を有する化合物の存在下若しくは不存在下、好ま しくは窒素ガス等の不活性ガスの雰囲気中、室温~11 0℃の温度で、1~1000時間行うのが望ましい。 又、この反応は、有機溶媒等の媒体の存在下で行うこと も可能である。

【0012】上記触媒作用を有する化合物としては、有 機錫触媒、金属錯体、塩基性物質、有機燐酸化合物等が 使用可能であり、それらを例示すると、有機錫触媒とし て、ジブチル錫ジラウレート、ジブチル錫ジアセテー ト、ジブチル錫オキサイド、オクチル酸第一錫、ジブチ ル錫フタレート、ジブチル錫メトキシド、ジオクチル錫 ジマレート、ジブチル錫ジアセチルアセテート、ジブチ ル錫ジバーサテート等が、金属錯体として、テトラブチ ルチタネート、テトライソプロピルチタネート、トリエ タノールアミンチタネート、テトラキス(2-エチルへ キシルオキシ) チタン、テトラステアリルオキシチタ ン、ジイソプロポキシ・ビス (アセチルアセトナト) チ タン、ジーn-プトキシ・ビス (トリエタノールアミナ ト) チタン、チタニウム・イソプロポキシオクチレング リコレート等のチタネート化合物類、チタニウムステア レート等のカルボン酸チタン類、ナフテン酸鉛、ナフテ ン酸ニッケル、オクチル酸コバルト、オクチル酸鉛、ナ フテン酸コバルト、バーサチック酸ピスマス、オクチル 酸ビスマス等のカルボン酸金属塩、アルミニウムアセチ ルアセトナート錯体、バナジウムアセチルアセトナート 錯体等金属アセチルアセトナート錯体等が、塩基性物質 として、アーアミノプロピルトリメトキシシラン等のア ミノシラン類、テトラメチルアンモニウムクロライド、 ベンザルコニウムクロライド等の第4級アンモニウム塩 50 類、三共エアプロダクツ社製のDABCO(登録商標)

シリーズ、DABCO BLシリーズ等の複数の窒素を 含む直鎖或いは環状の第三級及び第四級アンモニウム塩 等が、有機燐酸化合物として、モノメチル燐酸、ジーn - ブチル燐酸、燐酸トリフェニル等が挙げられる。

【0013】上記合成物Aは、上記の通り第1工程にお いて上記化合物(a)と化合物(b)を反応することに より合成することができるが、より好ましい態様を下記 [1]~[5]で詳細に説明する。

【0014】[1]上記化合物(a)として上記有機基 (I) が1個の一級アミノ基を有する化合物(化合物(a 10 -1))を、上記化合物(b)として上記化合物(e) をそれぞれ用い、化合物 (a-1) 1 モルに対して化合 物(e)が0.2~1.7モルの範囲となるようにし て、両者を-20℃~120℃で0.5時間~1000 時間程度求核付加反応を行う。両者の求核付加反応は、 室温~120℃でよいが場合によっては冷却が必要であ

【0015】[2]上記化合物(a)として上記有機基 (I) が2個以上の一級若しくは二級アミノ基、及び/又 は1個以上の一級及び二級アミノ基を有する化合物(化 20 合物(a-2))を、上記化合物(b)として上記化合 物(e)をそれぞれ用い、化合物(a-2)1分子の活 性水素の数を とした場合、化合物 (a-2) 1 モルに 対して化合物(e)が($\zeta-1$)×(0.1~9)モル の範囲となるようにして、両者を-20℃~120℃で 0.5~1000時間程度求核付加反応を行う。両者の 求核付加反応は、室温~120℃でよいが場合によって は冷却が必要である。

【0016】[3]上記化合物(a)として上記有機基 (I) が (メタ) アクリロイル基を有する化合物 (化合物 30 (a-3))を、上記化合物(b)として上記化合物 (f) をそれぞれ用い、化合物 (a-3) 中のアクリロ イル基の数をnとした場合、化合物(a-3)1モルに 対して上記化合物(f)をn×(0.2~1.5)モル の範囲となるようにして、両者を-20℃~120℃で 0.5~1000時間程度求核付加反応を行う。

【0017】[4]上記化合物(a)として上記有機基 (I) がエポキシ基を有する化合物(化合物(a-4)) を、上記化合物(b)として上記化合物(g)をそれぞ れ用い、化合物(a-4)中の上記有機基(I)の総数を 40 θ とした場合、化合物(a-4)1モルに対して、上記 化合物(g)を $\theta \times (0.2 \sim 1.5)$ モルの範囲とな るようにして、両者を-20℃~130℃で0.5~1 000時間程度混合反応させる。

【0018】[5]上記珪素化合物(a)として上記有 機基(I) がメルカプト基を有する化合物(化合物(a-5))を、上記化合物(b)として上記化合物(h)を それぞれ用い、化合物(a-5)中の活性水素の数を L とした場合、化合物(a-5)1モルに対して化合物

にして、-20℃~130℃で0.5~1000時間程 度混合反応させる。

【0019】又、本発明のシーリング材の主成分である 上記合成物Aは、上記合成物Bと反応させる前に、必要 に応じて上記化合物(d)と反応させてイソシアネート 基含有珪素化合物(合成物C)としても良い。上記合成 物Aと上記化合物(d)とは、0~150℃で0.5~ 1,000時間、窒素気流中、両者を任意の割合で反応

【0020】上記合成物Xを調製する際に用いられる各 化合物について、以下詳細に説明する。化合物(a)と しては、ケーアミノプロピルーメチルジエトキシシラ ン、ャーアミノプロピルーメチルジメトキシシラン等の 1個の一級アミノ基を有する化合物 (a-1)、 $N-\beta$ (アミノエチル) - ャーアミノプロピルメチルジメトキ シシラン等の一級アミノ基及び二級アミノ基を有する化 **合物(a−2)、γ−(メタ)アクリロキシブロビルメ** チルジメトキシシラン等の (メタ) アクリロイル基を有 する化合物(a-3)、アーグリシドキシプロピルメチ ルジエトキシシラン等のエポキシ基を有する化合物(a -4)、アーメルカプトプロビルメチルジメトキシシラ ン、ァーメルカプトプロピルメチルジエトキシシラン等 のメルカプト基を有する化合物 (a-5) 等が挙げられ

【0021】上記化合物(b)としては、(メタ)アク リレート(化合物(e))、モノ一級アミン化合物(化 合物(f))、モノ二級アミン化合物若しくはモノメル カプタン化合物(化合物(g))及び1個以上のエポキ シ基を有する化合物(化合物(h))が挙げられる。

【0022】具体的には、化合物(e)として、(メ タ) メチルアクリレート、エチル (メタ) アクリレー ト、n – ブチル(メタ)アクリレート、イソプチル(メ タ) アクリレート、2-エチルヘキシル (メタ) アクリ レート、ラウリル (メタ) アクリレート、2-メトキシ エチル(メタ)アクリレート、シクロヘキシル(メタ) アクリレート、ベンジル (メタ) アクリレート、イソボ ルニル (メタ) アクリレート、ジシクロペンタジエニル (メタ) アクリレート、2-エトキシエチル (メタ) ア クリレート、テトラヒドロフルフリル (メタ) アクリレ ート、シクロヘキシル (メタ) アクリレート、n-ステ アリル (メタ) アクリレート、ドデシル (メタ) アクリ レート、2-シアノアクリル酸メチル、2-シアノアク リル酸エチル等の (メタ) アクリル酸エステル、東亞合 成社製アロニックスの単官能特殊アクリレート(商品 名: M-101、M-102、M-110、M-11 1, M-113, M-117, M-120, M-15

6, M-5300, M-5400, M-5600, M-5700)、ダイセル化学工業社製の商品名:プラクセ ル FA-1等、 ァーアクリロキシプロピルメチルジメ (h) $\epsilon_{1} \times (0.2 \sim 1.5)$ モルの範囲となるよう 50 トキシシラン等のアクリロキシシラン化合物等が挙げら

れる。

【0023】化合物(f)として、エチルアミン、アリ ルアミン、イソプロピルアミン、2-エチルヘキシルア ミン、2-エチルヘキシルオキシルプロビルアミン、3 -エトキシプロピルアミン、3-ジエチルアミノプロピ ルアミン、ジブチルアミノプロピルアミン、 t - ブチル アミン、sec‐ブチルアミン、プロピルアミン、ジメ チルアミノプロピルアミン、3-メトキシプロピルアミ ン、ステアリルアミン、2-フェニルエチルアミン等が 挙げられる。

7

【0024】化合物(g)として、ジイソプロピルアミ ン、ジエチルアミン、ジブチルアミン、ジイソブチルア ミン、ジー2-エチルヘキシルアミン、2-ピロリド ン、各種イミダゾール化合物、ピロリジン、ピペリジ ン、1-ベンジルピペラジン等のモノ二級アミン化合 物、エチルメルカプタン、プロピルメルカプタン、ブチ ルメルカプタン、n-オクチルメルカプタン、n-ドデ シルメルカプタン、セードデシルメルカプタン、ヘキサ デシルメルカプタン、n-オクタデシルメルカプタン等 のモノメルカプタン化合物等が挙げられる。

【0025】化合物(h)として、クレジルグリシジル エーテル、p-tertブチルフェニルグリシジルエーテル、 エチルヘキシルグリシジルエーテル、長鎖脂肪族グリシ ジルエーテル、フェニルグリシジルエーテル、アリルグ リシジルエーテル、ブチルグリシジルエーテル、クレゾ ールグリシジルエーテルその他各種アルキルグリシジル エーテル、アルキルフェノールグリシジルエーテル等が 挙げられる。

【0026】ポリオール化合物(c)としては、ポリエ ーテルポリオール及びポリエステルポリオールが挙げら れる。ポリエーテルポリオールとしては、例えばエチレ ングリコール、ジエチレングリコール、プロピレングリ コール、ジプロピレングリコール、1,3-プタンジオ ール、1,4ーブタンジオール、1,6ーヘキサンジオ ール、ネオペンチルグリコール、ピスフェノールA等の ジオール類、トリメチロールエタン、トリメチロールブ ロパン、グリセリン等のトリオール類、ソルビトール 等、更にアンモニア、エチレンジアミン、尿素、モノメ チルジエタノールアミン、モノエチルジエタノールアミ オキサイド、プロピレンオキサイド、プチレンオキサイ ド、スチレンオキサイド等を開環重合して得られるラン ダム又はブロック共重合体、この他エチレン・αオレフ ィン骨格を有するポリオレフィン骨格のポリオール、ア クリル骨格のポリオール等、及びこれらの混合物等が挙 げられる。これらのものの他、弗素原子、珪素原子、窒 素原子、硫黄原子等を含有するポリオール化合物も含ま

【0027】ボリエステルボリオールとしては、例えば マレイン酸、フマル酸、アジピン酸、セバシン酸、フタ 50

ル酸等のジカルボン酸単独若しくは混合物と上記ジオー ル類単独若しくは混合物を重縮合して得られる重合体、 ε-カプロラクトン、バレロラクトン等の開環重合物 等、ヒマシ油等の活性水素を2個以上有する活性水素化 合物等が挙げられ、通常分子量が50~25,000の ものが使用され、それらは使用目的や性能によって使い 分ければ良い。

【0028】ポリイソシアネート化合物(化合物

(d)) としては、ジイソシアネート化合物、ジイソシ 10 アネート化合物を除くポリイソシアネート化合物が挙げ **られる。ジイソシアネート化合物としては、例えば脂肪** 族、脂環式、芳香脂肪族、芳香族ジイソシアネート化合 物等が挙げられる。以下、それらの具体例を挙げる。

【0029】脂肪族ジイソシアネート化合物:トリメチ レンジイソシアネート、テトラメチレンジイソシアネー ト、ヘキサメチレンジイソシアネート、ペンタメチレン ジイソシアネート、1、2-プロピレンジイソシアネー ト、1,2-ブチレンジイソシアネート、2,3-ブチ レンジイソシアネート、1,3-プチレンジイソシアネ 20 ート、2、4、4-又は2、2、4-トリメチルヘキサ メチレンジイソシアネート、2、6-ジイソシアネート メチルカプロエート等。

脂環式ジイソシアネート化合物:1,3-シクロペンテ ンジイソシアネート、1、4-シクロヘキサンジイソシ アネート、1、3-シクロヘキサンジイソシアネート、 3-イソシアネートメチル-3,5,5-トリメチルシ クロヘキシルイソシアネート、4,4'ーメチレンビス (シクロヘキシルイソシアネート)、メチル-2,4-シクロヘキサンジイソシアネート、メチルー2、6-シ 30 クロヘキサンジイソシアネート、1,3-ビス(イソシ アネートメチル)シクロヘキサン、1,4-ビス(イソ シアネートメチル) シクロヘキサン、イソホロンジイソ シアネート等。

芳香脂肪族ジイソシアネート化合物:1,3-若しくは 1,4-キシリレンジイソシアネート又はそれらの混合 物、ω、ω′ージイソシアネートー1、4ージエチルベ ンゼン、1,3-若しくは1,4-ビス(1-イソシア ネート-1-メチルエチル)ベンゼン又はそれらの混合 物等。

ン等のアミン類の1種又は2種以上の存在下、エチレン 40 芳香族ジイソシアネート化合物:m‐フェニレンジイソ シアネート、p-フェニレンジイソシアネート、4, 4'-ジフェニルジイソシアネート、1,5-ナフタレ ンジイソシアネート、4、4′-ジフェニルメタンジイ ソシアネート、2、4-又は2、6-トリレンジイソシ アネート、4、4′ートルイジンジイソシアネート、 4, 4'-ジフェニルエーテルジイソシアネート等。 【0030】ジイソシアネート化合物を除くポリイソシ アネート化合物としては、例えば脂肪族、脂環式、芳香 脂肪族、芳香族ポリイソシアネート化合物等が挙げられ 【0031】以下、それらの具体例を挙げる。

【0032】脂肪族ポリイソシアネート化合物:リジン エステルトリイソシアネート、1、4、8-トリイソシ アネートオクタン、1、6、11-トリイソシアネート ウンデカン、1、8-ジイソシアネート-4-イソシア ネートメチルオクタン、1、3、6-トリイソシアネー トヘキサン、2、5、7ートリメチル-1、8-ジイソ シアネート-5-イソシアネートメチルオクタン等。 脂環式ポリイソシアネート化合物:1,3,5-トリイ イソシアネートシクロヘキサン、3-イソシアネートメ チルー3,3,5ートリメチルシクロヘキシルイソシア ネート、2-(3-イソシアネートプロピル)-2,5 -ジ(イソシアネートメチル)-ビシクロ[2, 2, 1] ヘプタン、2-(3-イソシアネートプロピル) -2.6-ジ(イソシアネートメチル)ービシクロ[2, 2, 1] ヘプタン、3-(3-イソシアネートプロピ ル) -2, 5-ジ (イソシアネートメチル) -ビシクロ [2, 2, 1] ヘプタン、5-(2-イソシアネートエ チル)-2-イソシアネートメチル-3-(3-イソシ 20 とができる。上記添加剤としては、老化防止剤、紫外線 アネートプロピル) ービシクロ[2, 2, 1] ヘプタ ン、6-(2-イソシアネートエチル)-2-イソシア ネートメチルー3-(3-イソシアネートプロピル)-ビシクロ[2, 2, 1] ヘプタン、5-(2-イソシア ネートエチル) -2-イソシアネートメチル-2-(3 イソシアネートプロビル) - ビシクロ[2, 2, 1] ヘプタン、6-(2-イソシアネートエチル)-2-イ ソシアネートメチルー2ー(3ーイソシアネートプロビ ル) -ビシクロ[2, 2, 1] ヘプタン等。

芳香脂肪族ポリインシアネート化合物:1,3,5-ト 30 【0037】 リイソシアネートメチルベンゼン等。

芳香族ポリイソシアネート化合物:トリフェニルメタン -4, 4', 4"-トリイソシアネート、1, 3, 5-トリイソシアネートベンゼン、2,4,6-トリイソシ アネートトルエン、4、4′-ジフェニルメタン-2, 2′,5,5′-テトライソシアネート等。

【0033】本発明のシーリング材は、上記のようにし て調製された合成物Xを含有するものであるが、そのシ ーリング材は、必要に応じてウレタン系樹脂の硬化触媒 を添加することができる。該硬化触媒としては、有機錫 触媒、金属錯体、塩基性物質、有機燐化合物及び水(空 気中の湿気)が使用できる。これら有機錫触媒、金属錯 体、塩基性物質及び有機燐化合物は、合成物Xを製造す る際の第3工程で用いられる触媒作用を有する化合物の 中から選択される。該硬化触媒の配合割合は、合成物X 100重量部当り0.01~10重量部である。

【0034】更に、本発明のシーリング材は、埃等の汚 染物の付着性を改善する目的で、空気酸化硬化型不飽和 基含有化合物、例えば、1, 2-ポリブタジエン、1,

合体:桐油、あまに油等の乾性油や該化合物を変性して 得られる各種アルキッド樹脂;該乾性油により変性され たアクリル系樹脂、エポキシ系樹脂、シリコーン樹脂; 該重合体や共重合体の各種変性物(マレイン化変性物、 ボイル油変性物等) 等を添加しても良い。これら化合物 は1種でも良く、2種以上用いても良い。これら化合物 は合成物X100重量部に対し0.05~15重量部、 好ましくは1~10重量部の範囲で用いられる。0.0 5重量部未満では埃等の汚染物の付着性の改善が十分で ソシアネートシクロヘキサン、1,3,5ートリメチル 10 はなく、15重量部を超えるとシーリング材の硬化後の 引張り特性等が損なわれる。

> 【0035】シーリング材は、更に、充填材、可塑剤、 各種添加剤、溶剤、脱水剤等を必要に応じて添加するこ とができる。上記充填剤としては、フェームドシリカ、 炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、クレー、タルク、 シリカ、各種バルーン等が挙げられる。上記可塑剤とし ては、ジオクチルフタレート、ジブチルフタレート等の フタル酸エステル類、アジピン酸ジオクチル、セバチン 酸ジブチル等の脂肪族カルボン酸エステル等を用いるこ 吸収剤、顔料、各種タッキファイアー、チタネートカッ プリング剤、アルミニウムカップリング剤等が挙げられ

> 【0036】上記溶剤としては、合成物X等と相溶性が よく水分含有量が500ppm以下であればいずれを用 いても良い。上記脱水剤としては、生石灰、オルト珪酸 エステル、無水硫酸ナトリウム、ゼオライト、メチルシ リケート、エチルシリケート、各種アルキルアルコキシ シラン、各種ビニルアルコキシシラン等が挙げられる。

> 【実施例】以下、本発明を、実施例により具体的に説明 する。なお、実施例及び比較例におけるパーセント (%)及び部は重量基準である。又、実施例及び比較例 で用いた各化合物は以下の通りである。

【0038】化合物(a)

 $KBM602(N-\beta(P))$ **ピルメチルジメトキシシラン)**

KBM902(ァーアミノプロピルメチルジメトキシシ ラン)

40 KBM5102 (γ-アクリロキシプロピルメチルジメ トキシシラン)

KBM502(γ-メタクリロキシプロピルメチルジメ トキシシラン)

KBE402 (γ-グリシドキシプロピルメチルジエト キシシラン)

KBM802 (γ-メルカプトプロピルメチルジメトキ シシラン)(以上、信越化学工業社製)

化合物(b)

MA(メチルアクリレート)(化合物(e))

4-ポリブタジエン、C。~C。ジエンの重合体や共重 50 BA(n-ブチルアクリレート)(化合物(e))

2 E H A (2-エチルヘキシルアクリレート) (化合物 (e)) (以上、東亜合成社製)

ポリオール化合物(化合物(c))

プレミノール4010 (平均分子量10,000のポリオキシプロビレンジオール)

プレミノール3010 (平均分子量10,000のポリオキシプロピレントリオール) (以上、旭硝子社製)ボリイソシアネート化合物(化合物(d))

スミジュール44S(4, 4'-ジフェニルメタンジイソシアネート)(住友パイエルウレタン社製)

LTI(リジンエステルトリイソシアネート)(協和発酵工業社製)

錫触媒

スタンBL(三共有機合成社製)

比較例で用いたアルコキシシラン

KBM603 (N- β (アミノエチル) γ -アミノプロ ビルトリメトキシシラン)

KBM903(γ-アミノプロビルトリメトキシシラン)

KBM5103 (γ-アクリロキシプロピルトリメトキ 20 シシラン)

KBM5 0 3 (γ-メタクリロキシプロピルトリメトキ シシラン)

KBE403 (γ-グリシドキシブロピルトリエトキシ シラン)

KBM803 $(\gamma - \lambda \mu)$ $\gamma - \lambda \mu$ $\gamma + \gamma \mu$

KBE9007 (γ-イソシアノプロビルトリエトキシシラン) (以上、信越化学工業社製)

その他

全て市販の試薬を用いた。

【0039】(実施例1~6)まず、下記に示す化合物(a)と化合物(e)を下記に示す割合(重量比。以下同じ。)で室温で混合後、3日間室温に放置し、A1、A2、A3、A4、A5、A6を調製する。

合成物A1 KBM602:MA=206:172

合成物A2 KBM902:MA=164:172

合成物A3 KBM602:BA=206:256

合成物A4 KBM902:BA=164:256

合成物A5 KBM602:2EHA=206:368 合成物A6 KBM902:2EHA=164:368 反応容器内にプレミノール4010を800g、プレミノール3010を200g、スミジュール44Sを110g、炭酸カルシウムを1,000g及びスタンBLを0.01g加え、窒素雰囲気下、攪拌しながら90℃で3時間反応させて、合成物B1を得る。合成物B1を50℃に冷却した後、合成物A1~A6を表1に示す割合

(重量比。以下各表において同じ。)で投入し、窒素雰囲気下、90℃に昇温し、1時間反応させて合成物X1~X6を調製する。

【0040】得られた合成物X1~X6について、下記の試験を行い、それらの結果を表1に示した。

(貯蔵安定性試験) 各合成物及び各合成物を200m1のガラス瓶に入れ、50℃にて1ヶ月間保存したものの粘度(mPa·s)を、BS型粘度計を用いて測定した。測定条件は10rpm、23℃である。

(各種物性試験)各合成物からJIS A1439に準拠してモルタル基板のH型試験体を作成した。このものを上記JIS規格に準拠した条件で養生し、M50(kg10 /cm²)、破断強度(kg/cm²)、破断伸び(%)を評価した。又、上記条件で養生した後、上記JIS規格に則り23℃の水中に7日間浸漬したもの、80℃で14日間加熱したものものについて、上記と同様にしてそれぞれM50、破断強度及び破断伸びを評価した。

(硬化速度試験)各合成物を中空円筒状のポリエチレン 製容器に入れ、4日経過後の標準状態における表面から の硬化した厚さを測定した。(単位:mm)

(比較例1~6)まず、下記に示すアルコキシシランと
化合物(e)を下記に示す割合(重量比。以下同じ。)で室温で混合後、3日間室温に放置し、D1、D2、D3、D4、D5、D6を調製する。

合成物D1 KBM603:MA=222:172

合成物D2 KBM903:MA=179:172

合成物D3 KBM603:BA=222:256

合成物D4 KBM903:BA=179:256

合成物D5 KBM603:2EHA=222:368

合成物D6 KBM903:2EHA=179:368 合成物A1~A6の代りに、合成物D1~D6を表2に

30 示す割合で用いた以外は、実施例1~6と同様にして合成物 Z1~Z6を調製する。得られた合成物 Z1~Z6 について、実施例1~6と同様にして試験を行い、それらの結果を表2に示した。

【0041】(実施例7~11)まず、下記に示す化合物(a)と化合物(b)を下記に示す割合で室温で混合後、3日間室温に放置し、A7、A8、A9、A10、A11を調製する。

合成物A7 KBM5102:エチルアミン=218: 45

合成物A 5 KBM 6 0 2 : 2 E H A = 2 0 6 : 3 6 8 40 合成物A 8 KBM 5 0 2 : エチルアミン= 2 3 2 : 4 合成物A 6 KBM 0 0 2 : 2 E H A = 1 6 4 : 3 6 8

合成物A9 KBE402:ジブチルアミン=262:

合成物A10 KBE402:エチルメルカプタン=262:62

合成物A11 KBM802:ブチルグリシジルエーテル=180:130

合成物A1~A6の代りに、合成物A7~A11を表3に示す割合で用いた以外は、実施例1~6と同様にして6の成物X7~X11を調製する。得られた合成物X7~

L2

X11について、実施例1~6と同様にして試験を行い、それらの結果を表3に示した。

【0042】(比較例7~11)まず、下記に示すアルコキシシランと化合物(b)を下記に示す割合(重量比。以下同じ。)で室温で混合後、3日間室温に放置し、D7、D8、D9、D10、D11を調製する。合成物D7 KBM5103:エチルアミン=234:45

合成物D8 KBM503:エチルアミン=248:45

合成物D9 KBE403:ジブチルアミン=278: 129 · ·

合成物D10 KBE403:エチルメルカプタン=278:62

合成物D11 KBM803:ブチルグリシジルエーテル=196:130

合成物A1~A6の代りに、合成物D7~D11を表4 に示す割合で用いた以外は、実施例1~6と同様にして 合成物Z7~Z11を調製する。得られた合成物Z7~ Z11について、実施例1~6と同様にして試験を行 い、それらの結果を表4に示した。

【0043】(実施例12~17)反応容器内にプレミノール4010を800g、プレミノール3010を200g、ヘキサメチレンジイソシアネートを72g、炭酸カルシウムを1,000g及びスタンBLを0.01g加え、窒素雰囲気下、攪拌しながら90℃で3時間反応させて、合成物B2を得る。合成物B2を50℃に冷却した後、合成物A1~A6を表5に示す割合で投入し、窒素雰囲気下、90℃に昇温し、1時間反応させて合成物X12~X17を調製する。得られた合成物X12~X17について、実施例1~6と同様にして試験を行い、それらの結果を表5に示した。

【0044】(比較例 $12\sim17$)合成物 $A1\sim A60$ 代りに、合成物 $D1\sim D6$ を表6に示す割合で用いた以外は、実施例 $12\sim17$ と同様にして合成物 $Z12\sim Z$ 17を調製する。得られた合成物 $Z12\sim Z17$ について、実施例 $1\sim6$ と同様にして試験を行い、それらの結果を表6に示した。

【0045】(実施例18~22)合成物A1~A6の代りに、合成物A7~A11を表7に示す割合で用いた 40以外は、実施例12~17と同様にして合成物X18~X22を調製する。得られた合成物X18~X22について、実施例1~6と同様にして試験を行い、それらの結果を表7に示した。

【0046】(比較例18~22)合成物A1~A6の 代りに、合成物D7~D11を表8に示す割合で用いた 以外は、実施例12~17と同様にして合成物Z18~ Z22を調製する。得られた合成物Z18~Z22につ いて、実施例1~6と同様にして試験を行い、それらの 結果を表8に示した。

【0047】(実施例23)反応容器内にプレミノール4010を1,000g、ヘキサメチレンジイソシアネートを51g、LTIを20g、炭酸カルシウムを1,000g及びスタンBLを0.01g加え、窒素雰囲気下、攪拌しながら90℃で3時間反応させて、合成物B3を得る。合成物B3を50℃に冷却した後、合成物A1を8g投入し、窒素雰囲気下、90℃に昇温し、1時間反応させて合成物X23を調製する。 得られた合成物X23について、実施例1~6と同様にして試験を行い、それらの結果を表9に示した。

【0048】(比較例23)合成物A1の代りに、合成物D1を用いた以外は、実施例23と同様にして合成物Z23を調製する。得られた合成物Z23について、実施例1~6と同様にして試験を行い、それらの結果を表9に示した。

【0049】(実施例24~26)まず、378gの合成物A1、462gの合成物A3又は574gの合成物 20 A5と、250gのスミジュール44Sを室温で混合後、3日間放置して、合成物C1、C2、C3を調製する。合成物A1~A3の代りに、合成物C1~C3を表10に示す割合で用いた以外は、実施例1~6と同様にして合成物X24~X26について、実施例1~6と同様にして試験を行い、それらの結果を表10に示した。

【0050】(実施例27~29)まず、378gの合成物A1、462gの合成物A3又は574gの合成物A5と、168gのヘキサメチレンジイソシアネートを室温で混合後、3日間放置して、合成物C4、C5、C6を調製する。合成物A1~A3の代りに、合成物C4~C6を表10に示す割合で用いた以外は、実施例12~17と同様にして合成物X27~X29を調製する。得られた合成物X27~X29について、実施例1~6と同様にして試験を行い、それらの結果を表10に示した。

【0051】(比較例24)合成物A1の代りに、KBE9007を5g用いた以外は、実施例1と同様にして合成物Z24を調製する。得られた合成物Z24について、実施例1と同様にして試験を行い、それらの結果を表11に示した。

【0052】(比較例25)合成物A1の代りに、KBE9007を5g用いた以外は、実施例12と同様にして合成物Z25を調製する。得られた合成物Z25について、実施例1と同様にして試験を行い、それらの結果を表11に示した。

[0053]

【表1】

	~~~	1			I	1
実 施 例 番 号	1	2	3	4	5	6
合成物名	A 1	A 2	A 3	A 4	A 5	A 6
使用量 (g)	8	7	9	8	. 11	11
初期粘度 (mPa・s	108,000	109,000	110, 000	124, 000	115.000	118.000
保存後粘度 (mPa·s) 118.000	119.000	115, 000	132. 000	121. 000	124.000
初期物性						
M 5 0 (Kg/cm ²)		2.4	2. 4	2. 1	2. 2	1.9
破断強度 (Kg/cm ²)	11. 3	10.8	11.2	10.2	10.7	10.1
破断伸び (%)	860	770	880	780	870	790
水浸渍烫物性						
M 5 0 (Kg/cm ²)	2. 4	2. 2	2. 2	1.9	2.0	1.8
破斷強度 (Kg/cm ²)	8. 7	8. 2	8. 9	7.8	8.8	8. 0
. 破断伸び (%)	880	750	870	710	910	770
加熱後物性						
M50 (Kg/cm ²)		2. 2	2.4	2. 2	2. 2	1. 9
破斷強度 (Kg/cm ²)	8.8	8.8	9.3	8.6	8. 7	8. 2
破断伸び (%)	780	670	790	640	810	720
硬化速度 (mm)	4. 4	2. 1	4. 2	1. 9	3.8	1.6
the desired control of the control o	4	<u> 1</u>		L	I	

【表2】

比 較 例	番号	1	2	3	4	5	6
合成物名		D 1	D 2	D 3	D 4	D 5	D 6
使用量	(g)	8	7	10	.9	12	11
初期粘度	(nPa·s)	110,000	145, 000	116. 000	138, 000	120, 000	132, 000
保存後粘度	(mPa · s)	124. 000	151,000	123, 000	146.000	128, 000	141, 000
初期物性							
	(Kg/cm ²)	4. 2	3.8	3. 9	3. 7	3.8	3.
破断強度	(Kg/cm ²)	9.8	10.1	9.5	9. 9	9. 7	9.
破断伸び	(%)	430	450	440	460	440	4.3
水浸渍後物性							
M 5 0	(Kg/cm ²)	4.1	3.8	3.8	3.8	3. 7	3.
破斷強度	(Kg/cm ²)	6.8	5. 9	6. 5	6. 1	5.8	6.
破断伸び	(%)	410	410	420	420	390	38
加熱後物性							
M50	(Kg/cm ²)	9.3	8.8	9. 2	8. 7	8.8	8.
	(Kg/cm ²)	15.1	13.2	14.8	13.8	11.4	12.
破断伸び	(%)	8 0	110	120	160	130	15
硬化速度	(mm)	4. 5	2. 3	4. 2	1.9	3. 7	1.

実 施 例 番 号	7	8	9	1 0	11
合成物名	A 7	A 8	A 9	A10	A11
使用量 (g)	8	11	8	7	9
初期粘度 (aPa·s)	114.000	111.000	107, 000	108.000	112, 000
保存後粘度 (aPa·s)	112.000	121, 000	116, 000	116, 000	115.000
初期物性					
M 5 0 (Kg/cm ²)	2. 3	2. 2	2.5	2. 4	2. 8
破断強度 (Kg/cm ²)	10.2	10.6	10.9	10.8	11. 2
破断伸び (%)	820	840	850	810	710
水浸渍後物性					
M 5 0 (Ig/cm ²)	2. 2	2. 1	2.4	2. 3	2.6
破断強度 (Kg/cm ²)	7.8	8. 9	8.7	8. 2	6. 9
破断伸び (%)	790	890	870	760	630
加熱後物性					
M 5 0 (Kg/cm ²)	2. 2	2. 2	2.5	2. 3	3. 1
破断強度 (Kg/ca ²)	8. 6	9. 2	8.4	8. 7	7.9
破断伸び (%)	810	780	770	680	610
硬化速度 (mm)	3. 9	3. 8	2. 8	2. 1	1.4

【表4】

		·			the state of the s	
比較多	列番号	7	8	9	10	11
合成物名	-	D7	D 8	D 9	D10	D 11
使用量	(g)	9	12	8	7	10
初期粘度	(m Pa • s)	128.000	120, 000	113.000	134, 000	117. 800
保存後粘度	(mPa • s)	136.000	127, 000	125. 000	141.000	123, 000
初期物性	_					
M 5 0	(Kg/cm ²)	3.7	3.8	4. 2	4. 1	4.8
破断強度	(Kg/cm ²)	9.8	9.6	9.6	9. 7	13.2
破断伸び	(%)	460	450	420	490	370
水浸漬後物性						
M 5 0	(Kg/cm ²)	3.6	3.7	4. 1	3. 9	4.7
破斷強度	(Kg/cm ²)	7. 2	6.9	5. 9	6. 1	5.7
破断伸び	(%)	480	410	390	430	420
加熱後物性	:	3				
M 5 0	(Kg/cm ²)	8. 7	8.8	9. 2	8.8	10.1
破断強度	(Kg/cn ²)	13.8	12.4	13.8	12.9	15.8
破断伸び	(%)	150	140	110	90	8 0
硬化速度	(mm)	3.8	3. 7	2. 7	2.2	1. 5
		l	ľ		1	

実 施 例	番号	12	1.3	14	15	16	17
合成物名		A 1	A 2	A 3	A 4	A 5	A 6
使用量	(g)	8	7	9	8	11	11
初期粘度	(mPa·s)	106. 000	102, 000	112, 000	123. 000	115, 000	115, 000
保存後粘度	(mPa · s)	113, 000	108.000	119,000	136.000	124. 000	127, 000
初期物性	_			3			
	Kg/cm ²)	2.5	2.4	2.4	2.1	2. 2	1. 9
破断強度((Ig/cm ²)	10.8	11. 1	10.9	10.4	10.6	10.8
破断伸び	(%)	870	760	880	770	870	830
水浸漬後物性	:						
	Kg/cm ²)	2.4	2. 3	2. 3	2.1	2.1	1.9
碳斯強度 (Ig/cm ²)	9. 1	8.8	8. 5	8. 1	8. 7	8.3
破断伸び	(%)	890	750	860	780	920	790
加熱後物性	_						
	Kg/cn ²)	2.5	2. 2	2.4	2. 2	2. 2	1. 9
破断強度(Kg/cm ²)	8.6	8. 9	9. 7	8.7	8. 9	8.6
破断伸び	(%)	790	680	780	710	820	730
硬化速度	(mm)	4. 2	2. 1	4. 1	1. 9	3. 9	1. 7

【表6】

	·····					~~~	·····
比較多	別 番 号	12	13	14	15	16	1.7
合成物名		D 1	D 2	D 3	D 4	D 5	D 6
使用量	(g)	8	7	10	9	12	11
初期粘度	(mPa · s)	111,000	135, 000	116. 000	128. 000	122. 000	122, 000
保存後粘度	(m Pa • s)	114, 000	141, 000	121. 000	137,000	128, 000	131,000
初期物性	_						
M 5 0	(Kg/cs ²)	4.4	4. 2	4. 1	3.9	3.8	3.6
破斷強度	(Kg/cm ²)	9.7	10.2	9. 7	9.9	9.7	9. 3
破断伸び	(%)	420	450	450	480	440	490
水浸漬後物性	±		`				
M 5 0	(Kg/cm ²)	4.5	3.8	3.8	3.8	3. 7	3.5
破斷強度	(Kg/cm ²)	6.9	6.5	6. 6	6.3	5.8	6. 1
破断伸び	(%)	440	390	410	450	390	370
加熱後物性					j		
M 5 0	(Kg/cm ²)	9.1	8. 9	9.6	9.3	8.8	8. 2
破斷強度	(Kg/cn ²)	14.8	13.5	13.2	13.8	11.4	12.7
破断伸び	(%)	100	90	110	120	130	150
硬化速度	(mm)	4. 3	2.4	4. 1	1. 8	3.8	1.8
		(l			

		·			
実施例番号	18	19	20	2 1	2 2
合成物名	A 7	A 8	A 9	A10	A 11
使用量 (g)	8	11	8	7	9
初期粘度 (mPa·s)	104, 000	109, 000	110.000	111.000	115. 000
保存後粘度 (aPa·s)	113, 000	118, 000	117.000	120.000	121,000
初期物性					i i
M 5 0 (Kg/cn ²)	2.4	2. 5	2. 7	2. 2	2.3
破断強度 (Kg/cm ²)	10.1	10.7	11.8	10.1	9. 9
破断伸び (%)	880	840	740	810	830
水浸漬後物性					
M 5 0 (Kg/cm ²)	2.5	2.3	2.6	2. 2	2. 2
破斷強度 (Kg/cm ²)	7.8	8.6	7. 3	7.6	9. 1
破断伸び (%)	860	800	690	780	890
加熱後物性					
M 5 0 (Ig/cu ²)	2.6	2.6	2. 9	2. 3	2.3
破斷強度 (Ig/cm ²)	8.8	8. 7	8. 1	8. 2	9. 7
破断伸び (%)	740	690	620	770	790
硬化速度 (mm)	2. 7	1.9	1. 3	3. 7	3. 7
	L.			L	

【表8】

比较例番号	18	19	2.0	21	2 2
合成物名	D 7	D 8.	D 9	D10	D11
使用量 (g)	9	12	8	7	10
初期粘度 (mPa・s	112,000	114, 000	127, 000	118,000	120,000
保存後粘度 (mPa・s	129,000	121,000	129.000	126, 000	126.000
初期物性					
M 5 0 (Kg/cm ²)		4. 2	4. 9	3.8	3. 7
碳断強度 (Kg/cm ²)	9.3	9.6	13.6	9. 9	9. 6
破断伸び (%)	410	430	380	450	440
水浸漬後物性					
M 5 0 (Kg/cm ²)	4.2	4.1	4.8	3. 7	3.7
破断強度(Kg/cm ²)	6.7	6.3	6.1	6.7	7. 1
破断伸び (%)	380	450	400	430	390
加熱後物性					
M 5 0 (Kg/cm ²)	8.9	8. 7	9.7	8. 9	8. 7
破断強度 (Kg/cm ²)	12.7	12.5	14.7	13.5	11.7
破断伸び (%)	120	100	9 0	140	130
硬化速度 (mm)	2.6	2. 1	1.4	3.8	3. 6

実施例又	は比較例	実施例	比較例
番	号	23	23
合成物名		A 1	D 1
使用量	(g)	8	8
初期粘度	(mPa · s)	104. 000	113, 000
保存後粘度	(mPa • s)	107. 000	117, 000
初期物性	_		
	(Kg/cm ²)	2.5	3. 9
破斷強度	(Kg/cm ²)	11. 2	10.8
破断伸び	(%)	870	430
水浸渍後物性			
M 5 0	(Kg/cm ²)	2.4	3.8
破斷強度	(Kg/cm ²)	7.4	5.8
破断伸び	(%)	860	390
加熱後物性	_		
M 5 0	(Kg/cm ²)	2.5	8.7
	(Kg/cm ²)	9.8	11.4
破断伸び	(%)	790	120
硬化速度	(mm)	4.3	3.9

【表10】

·		r					
実 施 6	1 番号	2 4	2 5	2 6	2 7	28	29
合成物名		C 1	C 2	C3	C 4	C 5	C 6
使用量	(g)	13	14	16	11	13	15
初期粘度	(mPa·s)	107.000	108.000	110,000	106. 000	109,000	107, 000
保存後粘度	(mPa·s)	114.000	113.000	122.000	112, 000	111,000	114, 000
初期物性							
M 5 0	(Kg/cm ²)	2.5	2. 3	2. 1	2.4	2.3	2. 2
破斷強度	(Kg/cm ²)	11.4	10.5	9.8	10.8	11. 1	9.4
破断伸び	(%)	870	840	810	860	880	820
水浸漬簽物性	_					150	
M 5 0	(Kg/cm ²)	2.4	2. 1	2. 0	2.3	2.2	2. 1
破斷強度	(Kg/cm ²)	8.4	8.4	8. 1	8.3	8. 1	7.8
破断伸び	(%)	850	870	890	840	830	780
加熱後物性							
M 5 0	(Kg/cm ²)	2. 5	2. 2	2. 2	2.4	2. 2	2.3
破斷強度	(Kg/cm ²)	8. 5	9. 1	7. 5	8.6	8. 8	7. 2
破断伸び	(%)	740	770	830	820	800	760
硬化速度	(mm)	4. 3	4. 2	3.9	4. 4	4. 3	4. 0

【表11】

比較例	着 号	2 4	2 5
KBE900	7		
使用量	(g)	5	5
初期粘度	(mPa·s)	106.000	107.000
保存後粘度	(mPa·s)	113, 000	112. 000
初期物性			
M50 (Kg/cm²)	4.1	3. 9
破断強度(Kg/cm ²)	9.8	10.5
破断伸び	(%)	420	440
水浸漬後物性			
M50 (4.0	3.8
破斷強度(Kg/cm ²)	6.8	6.1
破断伸び	(%)	390	400
加熱後物性			
	Kg/cm ²)	9. 2	8. 9
破断強度(Kg/cm ²)	13.1	12.7
破断伸び	(%)	110	130
硬化速度	(mm)	1. 9	1.7
	(

* 各表の結果から、本発明に係る合成物は、それに対応する比較例に係る合成物に比べて粘度が低く、又1ヶ月保存後の粘度も殆ど変化しないことが判る。更に、本発明に係る合成物は、M50については、それに対応する比較例に係る合成物のものが加熱後に大幅に高くなるのに対して、加熱後においても変化しなく、又、破断伸びについては、それに対応する比較例に係る合成物のものが加熱後に大幅に低下するのに対して、加熱後においても低下の度合いが少ないことが明らかである。

10 [0054]

【発明の効果】本発明のシーリング材は、貯蔵安定性に 優れており、粘度が低くかつ長期間の水浸漬後や加熱後 においても破断伸びが大きくて柔軟性に富んでいる。

*

フロントページの続き

F ターム(参考) 4H017 AA04 AB01 AB04 AB05 AB08 AB14 AC05 AD05 AE03 4J034 AA01 BA02 CA01 CB02 CC01 CD06 CD08 CD15 CD16 HC01 HC11 JA41 RA08